

①

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

②

Int. Cl.:

C 04 b, 11/02

C 01 f, 11/46

C 04 b, 11/00

Deutsche Kl.:

80 b, 6/01

12 h, 11/46

80 b, 6/09

⑩

Offenlegungsschrift 2049 028

⑪

Aktenzeichen: P 20 49 028.2

⑫

Anmeldetag: 25. September 1970

⑬

Offenlegungstag: 8. April 1971

Ausstellungsriorität: —

⑭

Unionspriorität

⑮

Datum:

26. September 1969

⑯

Land:

Großbritannien

⑰

Aktenzeichen:

47473-69

⑲

Bezeichnung:

Verfahren zum Herstellen von Calciumsulfat-Hemihydrat

⑳

Zusatz zu:

—

㉑

Ausscheidung aus:

—

㉒

Anmelder:

Geelen, Hendrik Evert van, Papendrecht (Niederlande)

Vertreter:

Meldau, R., Prof. Dr.-Ing.; Meldau, G., Dipl.-Ing.;
Patentanwälte, 4830 Gütersloh

㉓

Als Erfinder benannt:

Antrag auf Nichtnennung

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

DR 2049 028

Best Available Copy

Professor Dr.-Ing.
 Robert M e l d a u
 Dipl.-Ing.
 Gustav M e l d a u
 - Patentanwälte -
483 Gütersloh
 Carl-Bertelsmann-Str. 4

G 390

Anmelder: Herr Hendrik van Geelen, Anne Franklaan 73
Patendrecht / Niederlande

Die Priorität der britischen Patentanmeldung Nr. 47 473/69 vom
 26.9.1969 wird in Anspruch genommen

"Verfahren zum Herstellen von Calciumsulfat-Hemihydrat"

Calciumsulfat-Hemihydrat ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) ist im Handel in zwei Formen erhältlich, und zwar als sogenanntes β -Hemihydrat und α -Hemihydrat, wobei das letztere aus vielen Gründen vorzuziehen ist.

Gemäss einem Artikel von A. Kruis und H. Spath in Tonind. Zeitung, 75, 341-351 und 395-399 (1951) (siehe auch Ullmann's Encyclopädie der Technischen Chemie, dritte Ausgabe (1957), Band 8, Seiten 109-116) wird die α -Form von Calciumsulfat-Hemihydrat zweckmässigerweise dadurch hergestellt, dass Gipsgesteinstücke (10 bis 80 mm) einige Stunden lang bei 110 bis 150°C in einem Autoklav gesättigtem Dampf ausgesetzt werden, dass dann das umgewandelte Material durch Erhitzen getrocknet und dass es schliesslich gemahlen wird.

109815/2056

BAD ORIGINAL

- 2 -

Um die α -Hemihydratkristalle in der günstigsten Form zu erhalten, wird in den oben angeführten Literaturstellen vorgeschlagen, die Umwandlung in Gegenwart gewisser Zuschläge, die die Kristallisation des α -Hemihydrats fördern und/oder abändern, und/oder Zuschläge, die die Binde- und Setzeigenschaften des erhaltenen α -Hemihydrats verbessern, vorzunehmen. In diesem Falle wird das Gipsgestein so fein wie möglich gemahlen und in Wasser, das die Zuschläge enthält geschlämmt. Das Gemisch wird unter Rühren im Autoklav erhitzt. Die Zuschlagstoffe werden nur in kleinen Mengen von einigen Zehntelprozent, vorzugsweise 0,2%, ausgehend vom Gesamtgewicht des Gipses, verwendet.

Diese bekannten Verfahren haben unter anderem die folgenden Nachteile. Um ein α -Hemihydrat mit guter, gleichmässiger Qualität zu erhalten, muss auch das Gipsgestein eine gute, gleichmässige Qualität haben. Das heisst, dass das Ausgangsmaterial sortiert und ständig analysiert werden muss und dass ggf. eine Vorbehandlung vorzunehmen ist. Darüber hinaus ist die Gipsgesteinmenge, die bei den bekannten Verfahren im Autoklav behandelt werden kann, ziemlich klein. Gemäss Seite 350 des oben genannten Artikels von A. Kruis und H. Spath wird bei Dampfbehandlung des Gipsgesteins dieses in einem perforierten Eimer oder einem Drahtkorb in den Autoklav gebracht. Wenn mit einer Gipsgesteinsuspension in Wasser gearbeitet wird, beträgt das Verhältnis zwischen Wasser und Gipsgestein etwa 1:1.

Wir haben nun gefunden, dass das α -Hemihydrat sehr zufriedenstellend durch Behandlung von Calciumsulfat, das wenigstens teilweise in Form von β -Hemihydrat vorliegt, bei einer Temperatur im Bereich von 110-150°C in einem Autoklav hergestellt werden kann. Vorzugs-

109815/2058

- 3 -

weise liegt das Calciumsulfat in Form von Formlingen vor, die durch Pressen eines Gemisches aus dem Calciumsulfat und Wasser hergestellt werden. Bei diesem Verfahren wird der Autoklav viel wirkungsvoller als bei den bekannten Verfahren eingesetzt.

Bei der Herstellung von Formlingen werden die zu pressenden Formlinge vorzugsweise durch Vermischen von 3-9% Wasser mit dem Calciumsulfat hergestellt. Der normalerweise angewandte Pressdruck liegt im Bereich von 100-500 kg/cm².

Vorzugsweise wird β -Calciumsemihydrat allein als Ausgangsmaterial verwendet. Das β -Hemihydrat ist im Handel ohne weiteres als Stuckgips in grossen Längen erhältlich. Dieses β -Calciumhemihydrat hat den großen Vorteil, dass die Qualität gleichmässig ist, so dass das Ausgangsmaterial nicht ständig analysiert werden muss, wie es bei der Verwendung von Gipsgestein als Ausgangsmaterial erforderlich ist.

Das Ausgangsmaterial wird, insbesondere wenn es allein aus β -Calciumhemihydrat besteht, vor dem Pressen mit 5-7% Wasser, berechnet auf der Basis des Ausgangsmaterialgewichts, vermischt.

Die Formlinge, zu denen das Gemisch aus Ausgangsmaterial und Wasser gepresst wird, sind vorzugsweise derart geformt, daß sie mit möglichst geringen Zwischenabständen gestapelt werden können. Um dieses Ziel zu erreichen, wird das Gemisch zu Formlingen gepresst, die vorzugsweise die Form von Backsteinen haben. Die Backsteine können geeignete Öffnungen aufweisen, die die Wirkung des Dampfes erleichtern. Wenn die Formlinge in eine Backsteinform gepresst werden, können sie beispielsweise auf Paletten oder Schlitten leicht gestapelt und in geeigneter Weise in den

-- 4 --

109815/2056

BAD ORIGINAL

- 4 -

Autoklav eingeführt werden. Die gepressten Formlinge sind fest genug, um im Autoklav derart gestapelt werden zu können, dass sich keine Probleme ergeben.

Ggf. können Zuschläge, die die Kristallisierung des α -Hemihydrats fördern und/oder verändern und die Binde- oder Setzeigenschaften des β -Hemihydrats verbessern, dem Wasser beigegeben sein, das mit dem Ausgangsmaterial vermischt wird. Auf diese Weise können derartige Zuschläge, die oft korrodierend sind, so in den gepressten Formlingen eingeschlossen sein, dass sie nicht in nachteiliger Weise korrodierend wirksam werden. Darüberhinaus sind solche Zuschläge bei dem vorliegenden Verfahren wirksamer als bei Verfahren, die mit einer Suspension von Gipsgestein und Wasser arbeiten, so dass sie hier in kleineren Mengen verwendet werden können. Sehr geeignete Zuschlagstoffe sind die gewöhnlichen Sulfonate, die organischen Dicarboxylsäuren, z.B. Bernsteinsteinsäure, und deren Salze.

Durch den Einschluss geeigneter Zuschlagstoffe in das mit dem Ausgangsmaterial zu vermischende Ansatzwasser kann ein β -Hemihydrat mit guter Qualität schnell hergestellt werden, so dass der Autoklav eine hohe Arbeitsleistung erhält. Geeignete Zuschlagstoffe führen im allgemeinen zu einer Behandlungszeit im Bereich von 1-3 Stunden, die ausreicht, um die Formlinge in β -Hemihydrat umzuwandeln.

Nach der Behandlung im Autoklav werden die Formlinge auf herkömmliche Weise getrocknet und gemahlen. Das Trocknen und/oder Mahlen kann ggf. so lange verzögert werden, bis das α -Hemihydrat benötigt wird. Dies hat den Vorteil, dass das α -Hemihydrat

- 5 -

109815 / 2056

- 5 -

nicht in Säcke abgepackt werden muss. Vielmehr können die der Dampfbehandlung unterzogenen Formlinge als solche gelagert und transportiert werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann sehr geeignet in Ziegelsteinfabriken durchgeführt werden, da diese normalerweise die für die Durchführung des Verfahrens erforderliche Ausrüstung (Mischer, Pressen, Paletten oder Schlitten und Autoklaven) aufweisen. In solchen Fabriken wird die Produktion im Winter oft unterbrochen. Die Ausrüstung kann für das erfindungsgemäße Verfahren eingesetzt werden.

Das mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte α -Hemihydrat hat die gleichen günstigen Eigenschaften wie das auf die übliche Art, d.h. ausgehend von Gipsgestein hergestellte α -Hemihydrat.

Folglich kann es auch für die gleichen Zwecke wie dieses α -Hemihydrat, das auf die übliche Weise hergestellt wird, verwendet werden.

Ein sehr geeigneter Verwendungszweck für das α -Hemihydrat ist auch die Herstellung von Gipsschichtplatten.

Zu diesem Zweck wird das α -Hemihydrat mit Wasser zu einer formbaren Suspension vermischt, worauf es mit Füllstoffen und/oder Verstärkungsstoffen vermischt wird. Die formbare Suspension wird zwischen zwei Materialschichten, beispielsweise Karton, Kunststofffolie oder Textilbahnen, die mit einer Leimschicht versehen sind, geführt, worauf das erzielte Produkt auf einem Förderband während dessen Bewegung zum Erstarren gebracht und schliesslich zu Platten gewünschter Größe geschnitten wird, die sofort verwendbar sind.

- 6 -

109815/2056

BAD ORIGINAL

- 6 -

Dieser Verwendungszweck hat gegenüber der an sich bekannten Herstellung von Rigipsplatten, bei der α -Hemihydrat als Ausgangsmaterial verwendet wird (siehe Ullmann's Encyklopädie der technischen Chemie, Band 4, Seiten 219-214), grosse Vorteile.

Bei der Herstellung von Rigipsplatten auf die bekannte Art wird Leim in die Hemihydratsuspension eingeschlossen. Hierbei liegt der Nachteil vor, dass das Härten der Gipsmasse durch den vorliegenden Leim beeinflusst wird und dass darüberhinaus mehr Leim erforderlich ist als in dem Falle, in dem nur die Kartonschichten mit Leim versehen sind. Da β -Hemihydrat darüberhinaus viel mehr Wasser erfordert, um mit ihm eine formbare Suspension zu mischen, als es bei der Umwandlung in Calciumsulfatdihydrat erforderlich ist, müssen die Platten nach dem Härten des beschichteten Produkts und dem Schneiden von Platten immer noch getrocknet werden, wofür, da die Wegnahme des überflüssigen Wassers sorgfältig und zum grössten Teil durch die Schichten hindurch vorgenommen werden muss, eine grosse, sorgfältig zu steuernde Trocknungseinrichtung erforderlich ist.

Da das Trocknen in der Trocknungseinrichtung langsam vonstatten geht, ist es ausserdem schwierig, die Herstellung der Platten und das Antrocknen derart herbeizuführen, dass der gesamte Vorgang kontinuierlich stattfinden kann.

Eine derartige Trocknungsvorrichtung ist nicht erforderlich, wenn α -Hemihydrat als Ausgangsmaterial verwendet wird, welches zur Mischung einer formbaren Suspension wesentlich weniger Wasser erfordert. Der Vorteil hierfür besteht darin, dass die Herstellung der Rigipsplatten ohne Schwierigkeiten kontinuierlich stattfinden kann.

109815/2056

- 7 -

2049028

- 7 -

Ein weiterer Vorteil besteht darin, dass α -Hemihydrat wesentlich günstigere mechanische Eigenschaften als β -Hemihydrat herbeiführt, so dass auch die mechanischen Eigenschaften der so hergestellten Rigidipsplatten wesentlich günstiger sein können.

Darüberhinaus besteht bei der Verwendung von α -Hemihydrat eine grösse Auswahlmöglichkeit bei den Schichtstoffen. Während mit β -Hemihydrat nur Gips-Karton-Platten hergestellt werden können, können bei α -Hemihydrat auch alle Arten anderer Schichtstoffe wie Kunststofffolien verwendet werden.

109815/2056

BAD ORIGINAL

Professor Dr.-Ing.
 Robert M e l d a u
 Dipl.-Ing.
 Gustav M e l d a u
 - Patentanwälte -
483 Otersloh
 Carl-Bertelsmann-Str. 4

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen eines α -Calciumsulfathemihydrats durch Behandlung eines Calciumsulfat enthaltenden Ausgangsmaterials gesättigten in einem Autoklav mit/Dampf bei einer Temperatur von 110-150°C, dadurch gekennzeichnet, dass als Ausgangsmaterial wenigstens teilweise β -Calciumsulfathemihydrat verwendet wird, dass das Ausgangsmaterial mit 3-9 Gew.-% Wasser auf der Basis des Gewichts des Ausgangsmaterials vermischt wird, dass das Gemisch bei einem Druck von 100-500 kg/cm² zu Formlingen gepresst wird und dass die Formlinge als solche im Autoklav einer Dampfbehandlung unterzogen werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Ausgangsmaterial vollständig aus β -Calciumsulfathemihydrat (Stuckgips) besteht.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Ausgangsmaterial mit 5-7% Wasser, berechnet auf der Basis des Ausgangsmaterials vermischt wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Wasser, das mit dem Ausgangsmaterial vermischt wird, Zuschlagstoffe enthält, die üblich sind,

um die Kristallisation des γ -Hemihydrats zu fördern und/oder zu verändern und/oder die Binde- und Setzeigenschaften des erhaltenen α -Hemihydrates zu verbessern.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das erhaltene Gemisch aus Ausgangsmaterial und Wasser mit den ggf. vorhandenen Zuschlagstoffen zu Backsteinen gepresst wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Gemisch zu Backsteinen gepresst wird, die geeignete Öffnungen aufweisen.

7. Verfahren zum Herstellen von Rigipsplatten durch Mischen von Calciumsulfathemihydrat mit Härtebeschleunigern oder -verzögerern und ggf. Füllstoffen und/oder Verstärkungsstoffen und Mischen des so erhaltenen Gemisches mit Wasser, um eine formbare Suspension zu erzielen, worauf die Suspension zwischen zwei Schichtstofflagen geformt, zum Absetzen gebracht wird und das so erhaltene Produkt in Platten geschnitten wird, dadurch gekennzeichnet, dass α -Calciumsulfathemihydrat als Ausgangsmaterial verwendet wird und dass zum Mischen so viel Wasser verwendet wird, dass die Schichtplatten nicht mehr getrocknet werden müssen, wobei das Schichtmaterial außerdem mit einer Leimschicht versehen wird, bevor das Hemihydrat eingeführt wird.

8. Rigipsplatte, dadurch gekennzeichnet, dass sie gemäß Anspruch 7 hergestellt wurde.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.